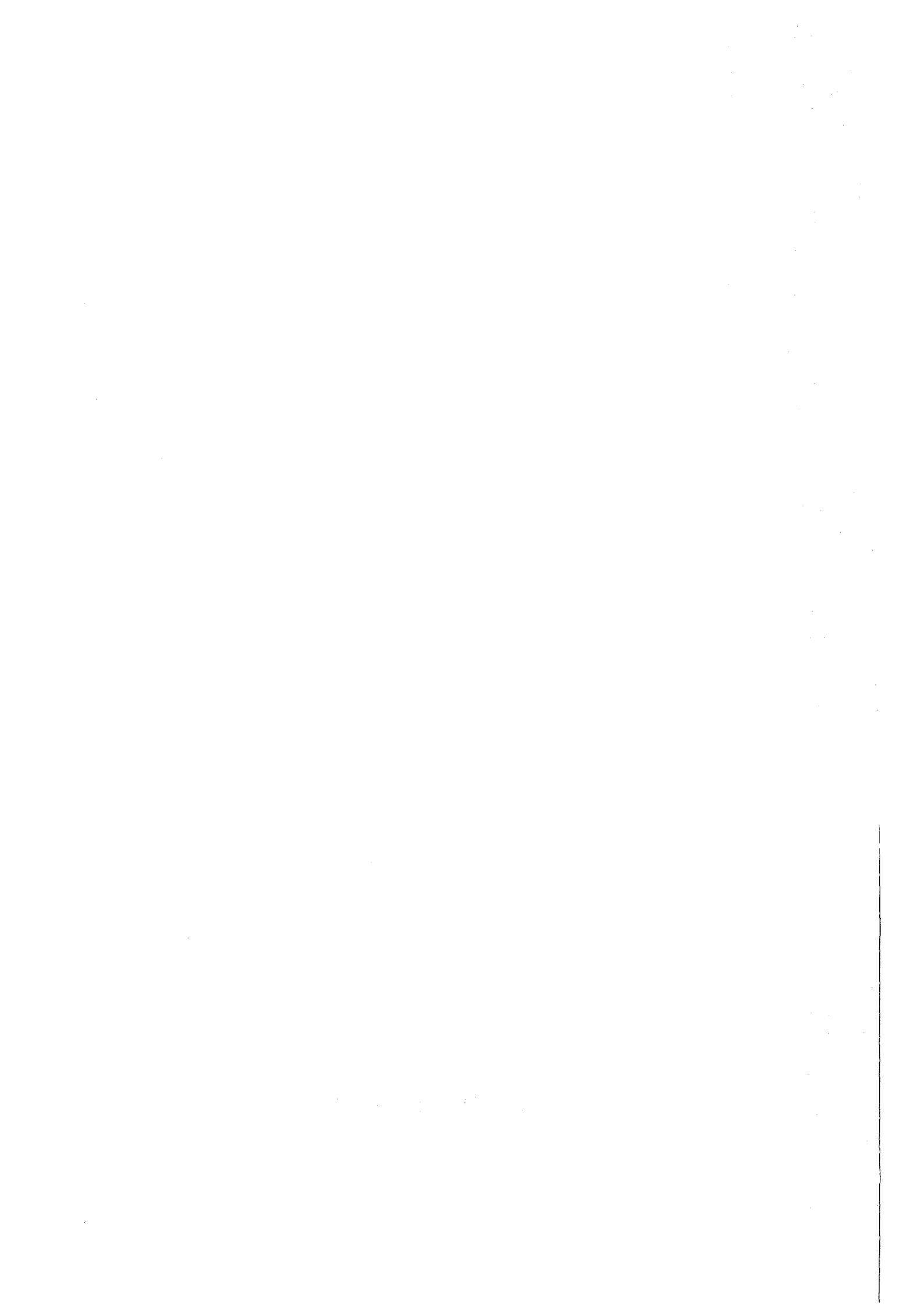


KfK 3961
August 1985

Konzepte für die Herstellung von Spinndüsenplatten durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanoformung und Kunststoffabformung

E. W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner,
J. Mohr, D. Münchmeyer
Institut für Kernverfahrenstechnik

Kernforschungszentrum Karlsruhe



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Institut für Kernverfahrenstechnik

KfK 3961

KONZEPTE FÜR DIE HERSTELLUNG VON SPINNDÜSENPLATTEN DURCH RÖNTGENLITHO-
GRAPHIE MIT SYNCHROTRONSTRAHLUNG, GALVANOFORMUNG UND KUNSTSTOFFABFORMUNG

von

E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, J. Mohr, D. Münchmeyer

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

KONZEPTE FÜR DIE HERSTELLUNG VON SPINNDÜSENPLATTEN DURCH RÖNTGEN- LITHOGRAPHIE MIT SYNCHROTRONSTRAHLUNG, GALVANOFORMUNG UND KUNST- STOFFABFORMUNG

Zusammenfassung

Die als LIGA-Verfahren bezeichnete Kombination von Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanoformung und Kunststoffabformung bietet gute Aussichten für die wirtschaftliche Massenfertigung von Mikrostrukturen mit großem Aspektverhältnis, großer Strukturhöhe und extremer Parallelität der Strukturwände. In diesem Bericht wird im Rahmen einer Vorstudie gezeigt, wie die neue Technik zur Massenherstellung von Spinn-düsenplatten genutzt werden kann. Ein besonderer Vorteil ist bei dieser Anwendung darin zu sehen, daß sich die Profile der Düsenkapillaren weitgehend frei vorgeben und ihre kritischen Abmessungen mit tragbarem Aufwand gegenüber der heutigen Grenze absenken lassen. Außerdem können die Positionen der Spinn-düsenkanäle auf den Spinn-düsenplatten sehr genau festgelegt werden, was beim Aufbau von Spinn-düsenvorrichtungen mit mehreren Düsenebenen von Bedeutung ist.

CONCEPTS OF FABRICATING SPINNERET PLATES BY SYNCHROTRON RADIATION LITHOGRAPHY, GALVANOFORMING AND PLASTIC MOULDING

Abstract

The combination of synchrotron radiation lithography, galvanofforming and plastic moulding, called the LIGA method, offers good prospects for the economical mass production of microstructures having a large aspect ratio, great structural height, and extreme parallelity of the structural walls. This report describes a preliminary study showing how the novel technology can be utilized for the mass production of spinneret plates. A particular advantage in this application is that the cross-sectional shape of the capillaries can be specified rather unrestrainedly and their critical sizes reduced at acceptable expenditure as compared to the present limit values. Besides, the positions of the capillaries can be precisely fixed on the spinneret plates which is important for the setup of spinning assemblies.

Einleitung

Im Kernforschungszentrum Karlsruhe wird seit einigen Jahren ein Verfahren zur Herstellung von Mikrostrukturen mit minimalen Lateralabmessungen im Mikrometer-Bereich und Strukturhöhen bis zu mehreren hundert Mikrometern entwickelt, das auf einer Kombination von Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanoformung und Kunststoffabformung beruht ("LIGA-Verfahren"). Die unter Mitwirkung der Siemens-AG und des Fraunhofer-Instituts für Festkörpertechnologie durchgeführten Arbeiten waren zunächst auf die Herstellung von extrem kleinen Trenndüsenystemen für die Urananreicherung mit Hilfe der beiden ersten Verfahrensschritte, d.h. durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung ausgerichtet /1/. In der Zwischenzeit wurde vom Kernforschungszentrum Karlsruhe auch die Kunststoffabformung soweit entwickelt, daß sie ernsthaft für die praktische Anwendung in Frage kommt. Zur Demonstration des erreichten Standes der Technik sind in Abb.1 Bilder von Mikrostrukturen dargestellt, die nacheinander durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanoformung und Kunststoffabformung hergestellt wurden /2/. Das Verhältnis von Strukturhöhe zur kleinsten Lateralabmessung (Aspektverhältnis) liegt bei einer Strukturhöhe von 300 µm über 100. Sowohl als Röntgenresist als auch als Abformmasse wurde PMMA (Polymethylmethacrylat) verwendet. Die Entwicklung des Röntgenresists wurde mit einem flüssigen Mehrkomponentenentwickler durchgeführt /3/. Die Bestrahlung des PMMA-Resists erfolgte am Elektronensynchrotron des Physikalischen Instituts der Universität Bonn unter Verwendung einer von der Firma Siemens hergestellten Maske.

Wegen der erreichten ungewöhnlichen Kombination von hohem räumlichen Auflösungsvermögen, großem Aspektverhältnis, großer Strukturhöhe und extremer Parallelität der Strukturwände /4/ gewinnt das LIGA-Verfahren, über die Anwendung beim Trenndüsenverfahren hinaus, zunehmendes Interesse auch für die Herstellung anderer Mikrostrukturen. Nachdem vor einiger Zeit über Konzepte für die Herstellung von Vielkanal-Bildverstärkerplatten nach dem LIGA-Verfahren berichtet wurde /5/, sollen in diesem Bericht Konzepte für die Herstellung von Spinndüsenplatten nach dem LIGA-Verfahren beschrieben werden.

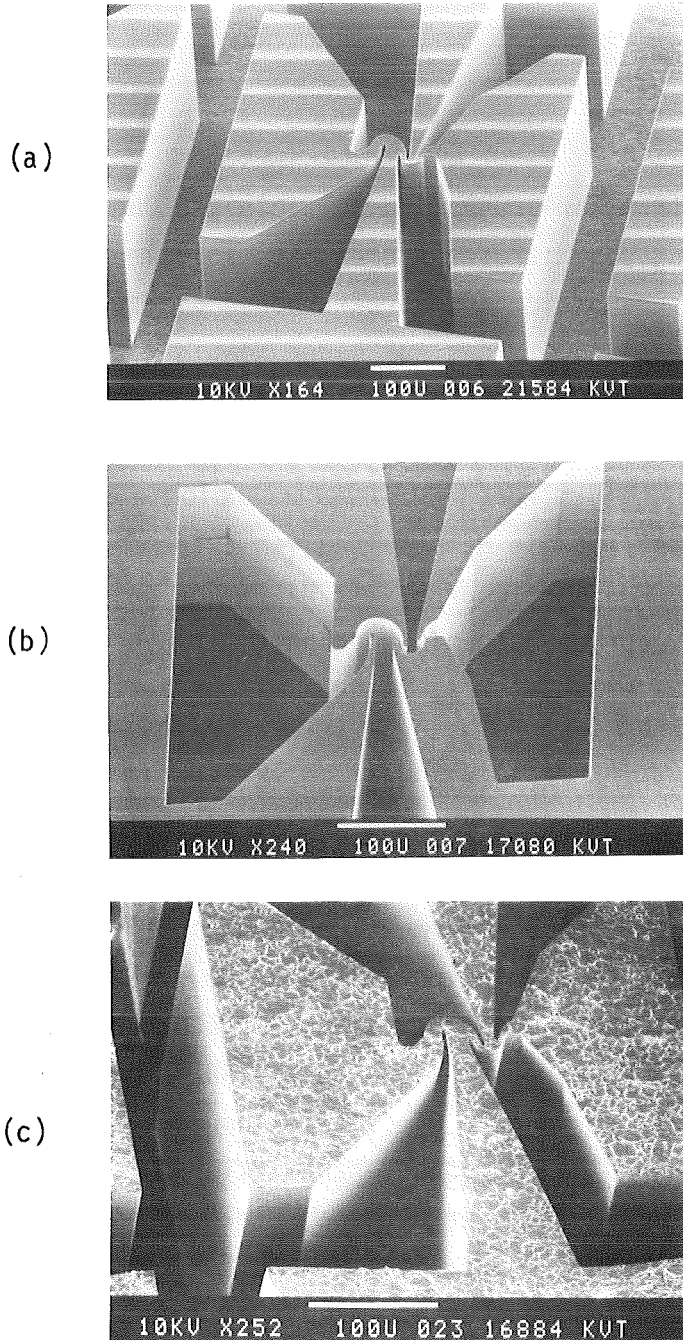


Abb.1: Die drei Schritte des LIGA-Verfahrens zur Herstellung von Mikrostrukturen mit großer Strukturhöhe.

- a) Durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung erzeugte primäre Kunststoffform.
- b) Durch Galvanoformung unter Verwendung der primären Kunststoffform (a) erzeugte Metallstruktur.
- c) Durch Kunststoffabformung der Metallstruktur (b) erzeugte sekundäre Kunststoffform, die bei der Massenfertigung an die Stelle der primären Kunststoffform (a) tritt. Strukturhöhe ca. 300 μm , kleinste Kanalweite der Trenndüse ca. 3 μm .

Die Längen der Striche an den unteren Rändern der REM Aufnahmen entsprechen etwa 100 μm . Die Streifenstruktur bei (a) ist die Folge einer vorhergehenden mechanischen Oberflächenbearbeitung. Die Narbenstruktur bei (c) ist eine Reproduktion der Oberflächenstruktur der für die Herstellung der Metallstrukturen (b) benutzten Galvanik-elektrode.

Stand der Technik bei der Herstellung von Spinndüsenplatten und Zielsetzungen

Bei der großtechnischen Herstellung von Fasern aus organischem oder anorganischem Material wird der Ausgangsstoff in fließfähigem Zustand durch Spinndüsenplatten gepreßt, die zahlreiche Spinndüsenkanäle enthalten. Die Spinndüsenkanäle bestehen in den meisten Fällen aus einer Düsenkapillare, durch die das zu verspinnende Material austritt und einem wesentlichen weiteren Vorkanal, dem das zu verspinnende Material zugeführt wird /6/.

Die im allgemeinen zylindrischen bzw. trichterförmigen Vorkanäle können relativ leicht durch Bohren oder Stechen eingebracht werden, während das Einbringen der in vielen Fällen profilierten, z.B. mit sternförmigem Querschnitt versehenen Düsenkapillaren aufwendigere Techniken, wie Draht-erodieren oder erosives Senken erfordert. Durch die Profilierung soll die Qualität der Fasern verbessert, z.B. ihre Feuchtigkeitsaufnahme-fähigkeit erhöht oder ihre optische Reflexion vermindert werden. Abb. 2 zeigt einige Beispiele für die Querschnitte profilierter Düsenkapillaren /7/.

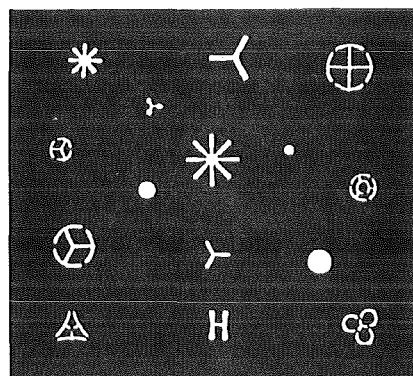


Abb.2: Beispiele für die Querschnitte profilierter Düsenkapillaren
(nach /7/).

Spinddüsenplatten sind Verschleißteile. Insbesondere Spinddüsenplatten mit profilierten Düsenkapillaren stellen bei der bisherigen Herstellungsweise einen nicht zu unterschätzenden Kostenfaktor für die zu erzeugenden Faserprodukte dar /7/. Außerdem liegt die mit tragbarem Aufwand erreichbare untere Grenze der kritischen Abmessungen im allgemeinen bei etwa 30 μm , wodurch sich Einschränkungen bei der Konstruktion des Filaments ergeben.

Von B. v.Falkai wird die Situation bezüglich profilierter Düsenkapillaren in dem Satz zusammengefaßt: "So interessant die Anwendung der Profilfäden ist, so schwierig ist das gleichmäßige Ausarbeiten dieser Löcher" /8/.

Höchste Anforderungen an die Fertigungspräzision werden, außer bei profilierten Düsenkapillaren, insbesondere auch bei Spinddüsenvorrichtungen für Hohl- bzw. Mehrkomponentenfasern gestellt, bei denen man im allgemeinen eine Kombination von mindestens zwei exakt zueinander justierten Düsen bzw. Düsenplatten zur Fasererzeugung benötigt.

Es besteht demnach ein Bedarf für ein Verfahren zur wirtschaftlichen Massenfertigung von Spinddüsenplatten, bei dem sich die Profile der Düsenkapillaren weitgehend frei vorgeben und ihre kritischen Abmessungen mit tragbarem Aufwand gegenüber der heutigen Grenze absenken lassen. Ein neues Fertigungsverfahren sollte außerdem die Möglichkeit bieten, die Positionen der Spinddüsenkanäle auf den Spinddüsenplatten mit höchster Präzision einzuhalten, wie dies für den Aufbau von Spinddüsenvorrichtungen mit mehreren Düsenebenen erforderlich ist.

Die Möglichkeit, nach dem LIGA-Verfahren Spinddüsenplatten mit besonders feinen und dennoch vollkommen gleichmäßigen Düsenkapillaren herzustellen, geht anschaulich aus Abb.3 hervor /2/. Sie zeigt eine durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung erzeugte Teststruktur aus Kunststoff, die der Negativform einer Düsenkapillare mit kreuzförmigem Querschnitt entspricht. Die Stegbreite des Kreuzes beträgt nur 8 μm , ist also deutlich kleiner als die bei den bisherigen

Herstellungsverfahren für Düsenkapillaren mit tragbarem Aufwand erreichbare untere Grenze der kritischen Abmessungen. Aus dem unteren Teil der Abb.3 geht hervor, daß der Unterschied der Stegbreiten zwischen den Strukturenden nur etwa $0,1 \mu\text{m}$ beträgt.

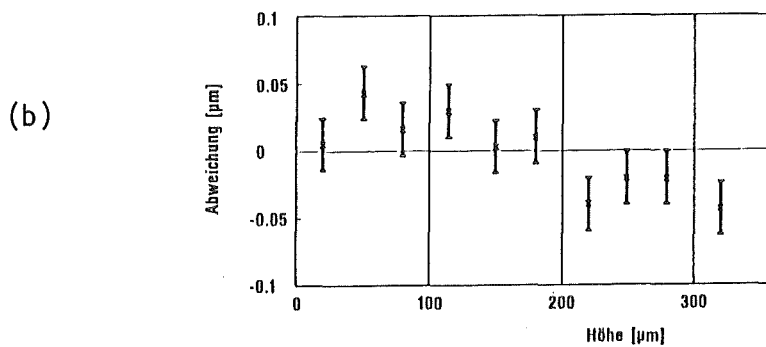
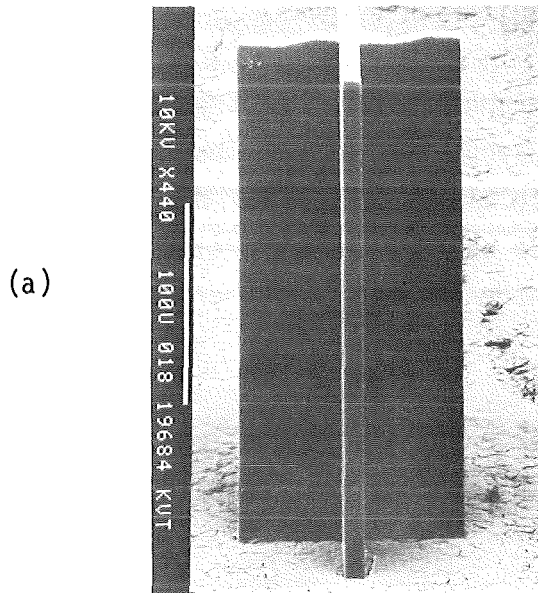


Abb.3: a) REM-Aufnahme einer durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung hergestellten $330 \mu\text{m}$ hohen Teststruktur aus PMMA. Stegbreite $8 \mu\text{m}$.
b) Mit einem Strukturbreitenmeßgerät ermittelte Abweichung der Stegbreite vom Mittelwert. Aus der Abbildung geht hervor, daß der Unterschied der Stegbreiten zwischen den Strukturenden nur etwa $0,1 \mu\text{m}$ beträgt.

Bei der Herstellung von Spindüsenplatten durch Kombination von Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung sollen zahlreiche solcher Kunststoffstrukturen von einer gemeinsamen Galvanikschicht eingeschlossen werden. Nach dem Entfernen der Kunststoffstrukturen liegt eine Spindüsenplatte vor, die zahlreiche, außerordentlich gleichmäßige Düsenkapillaren enthält.

Statt die durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung hergestellten Spindüsenplatten unmittelbar im Spinnbetrieb einzusetzen, kann man sie auch als Formplatte für die Erzeugung sekundärer Kunststoffformen verwenden, die bei der Massenfertigung von Spindüsenplatten an die Stelle der röntgenlithographisch erzeugten, primären Kunststoffformen treten.

Im folgenden werden die Konzepte für die Herstellung von Spindüsenplatten nach beiden Verfahren ausführlich beschrieben.

Herstellung von Spindüsenplatten durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung

Bei dem in Abb.4 dargestellten Konzept für die Herstellung von Spindüsenplatten durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung wird als Galvanikelektrode eine mehrere Millimeter starke Metallplatte verwendet, die durch Bohren oder Senken eingebrachte, sich verjüngende Vorkanäle enthält. Die Vorkanäle werden mit einem leicht entfernbaren Füllmaterial bündig verschlossen, wonach die Metallplatte auf ihrer von den engeren Kanalenden durchsetzten Oberfläche mit einer etwa 500 µm starken PMMA-Schicht belegt wird. Entsprechend Abb.4a wird die PMMA-Schicht über eine Maske mit Synchrotronstrahlung bestrahlt. An den für die Düsenkapillaren vorgesehenen Positionen trägt die Maske Absorberstrukturen mit der für die Düsenkapillaren vorgesehenen Querschnittsform. Durch Entwickeln /3/ erhält man Negativformen der Düsenkapillaren, die über das Füllmaterial mit der Galvanikelektrode in Verbindung stehen (Abb.4b). Sie werden im Galvanikschritt (Abb.4c) von der Galvanikschicht bündig eingeschlossen. Nach Einebnen

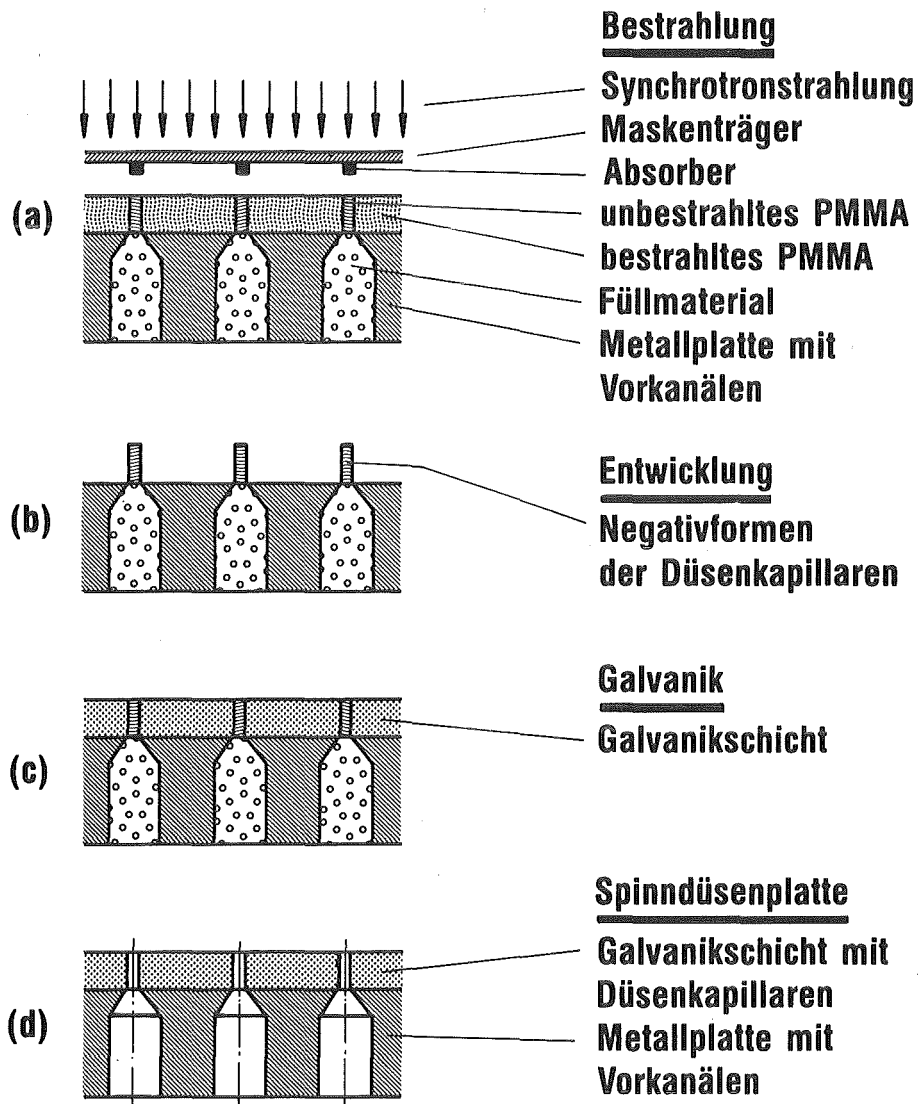


Abb.4: Herstellung von Spinndüsenplatten durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung. Durch Bestrahlen (a) einer PMMA-Schicht mit Synchrotronstrahlung über eine Maske und Herauslösen der bestrahlten Bereiche ("Entwicklung") (b) werden auf einer mit Vorkanälen versehenen Metallplatte Negativformen der Düsenkapillaren erzeugt, die anschließend von einer Galvanikschicht bündig eingeschlossen werden (c). Nach Einebnen der Galvanikschicht und Entfernen des Füllmaterials sowie der Negativformen liegt eine Spinndüsenplatte (d) vor, die aus einer mit Vorkanälen versehenen massiven Metallplatte und einer damit verbundenen, die Düsenkapillaren enthaltenden, relativ dünnen Galvanikschicht besteht.

der Galvanikschicht und Entfernen des Füllmaterials sowie der Negativformen liegt eine Spinndüsenplatte (Abb.4d) vor, die aus einer mit Vorkanälen versehenen massiven Metallplatte und einer damit verbundenen, die Düsenkapillaren enthaltenden, relativ dünnen Galvanikschicht besteht.

Als Füllmaterial kann sowohl ein elektrisch leitender als auch ein elektrisch isolierender Stoff verwendet werden. Mit elektrisch leitendem Füllmaterial ergibt sich ein relativ scharfkantiger Übergang zwischen den Düsenkapillaren und den Vorkanälen. Mit elektrisch isolierendem Füllmaterial wird ein kontinuierlicher Übergang erzielt, wobei dieser für die praktische Anwendung im allgemeinen günstige Effekt noch dadurch verstärkt werden kann, daß der kleinste Durchmesser der Vorkanäle deutlich größer als der Durchmesser der Düsenkapillaren gewählt wird. Selbstverständlich läßt sich der Übergang auch nachträglich durch mechanische oder elektrochemische Bearbeitung verbessern.

Die Herstellung der Masken für die Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung erfolgt nach ähnlichen Verfahren und daher mit ähnlicher Präzision wie die Herstellung der Masken für die Mikroelektronik. Dadurch ist gewährleistet, daß die Düsenkapillaren in einer Spinndüsenplatte nicht nur im Einzelquerschnitt mit äußerster Präzision und Gleichmäßigkeit, sondern selbst bei einer Vielzahl von Düsenkapillaren in ihrer gegenseitigen Lage mit geringsten Abweichungen zueinander gefertigt werden können. Man kann deshalb davon ausgehen, daß die Bauteile von Spinndüsenvorrichtungen für die Erzeugung von Hohl- oder Mehrkomponentenfasern, die im allgemeinen aus mehreren übereinander angeordneten Spinndüsenplatten bestehen, mit annähernd gleicher Präzision zueinander justiert werden können, wie dies bei der Justierung verschiedener Maskenebenen in der Mikroelektronik standardmäßig üblich ist.

Herstellung von Spinndüsenplatten durch Abformung mit Kunststoff und Galvanoformung

Bei dem in Abb.5 dargestellten Konzept für die Herstellung von Spinndüsenplatten durch Abformung mit Kunststoff und Galvanoformung wird davon ausgegangen, daß neben der Düsenkapillare auch der relativ schwierig herzustellende, für den Spinnvorgang aber äußerst wichtige Übergangsbereich zwischen der Düsenkapillare und dem Vorkanal mit abgeformt werden soll. Als Formplatte wird eine entsprechend Abb.4 hergestellte Spinndüsenplatte verwendet, bei der die Vorkanäle durch Wahl einer dünneren Metallplatte oder durch nachträgliches Abarbeiten der Metallplatte auf den kritischen Bereich beschränkt worden sind. Die Formplatte kann auch durch Ablösen einer nach Abb.4 hergestellten Galvanikschicht gewonnen werden, bei der die Düsenkapillaren nachträglich mit Übergangsbereichen versehen worden sind.

Entsprechend Abb.5a wird die Formplatte, die den Spinndüsenkanälen entsprechende Formkanäle enthält, mit einer Zuführungskanäle enthaltenden, mehrere Millimeter starken Metallplatte so zusammengefügt, daß die Formkanäle und die Zuführungskanäle aneinander anschließen. Nach Verschließen der Formkanäle mit einer Abdeckplatte werden die Formkanäle und die Zuführungskanäle gemeinsam unter Vakuum mit einem elektrisch isolierenden Abformmaterial aufgefüllt.*) Nach der Verfestigung des Abformmaterials werden die Abdeckplatte und die Formplatte entfernt, wodurch entsprechend Abb.5d Negativformen der Spinndüsenkanäle freigelegt werden, die mit der Metallplatte über das in den Zuführungskanälen enthaltene Abformmaterial verbunden sind. Gemäß Fig.5c wird auf der Metallplatte als Galvanikelektrode eine Galvanikschicht erzeugt, die die Negativformen der Spinndüsenkanäle bündig einschließt. Nach Einebnen der Galvanikschicht und Entfernen des Abformmaterials liegt eine Spinndüsenplatte (Abb.5d) vor, die aus einer mit Zuführungskanälen versehenen massiven Metallplatte und einer damit verbundenen, die Spinndüsenkanäle, d.h. die Düsenkapillaren und die kritischen Bereiche der Vorkanäle enthaltenden, relativ dünnen Galvanikschicht besteht.

*) Auf das Evakuieren der Form kann verzichtet werden, wenn man das Abformmaterial am Ende der Düsenkapillaren austreten läßt und das überflüssige Abformmaterial entfernt.

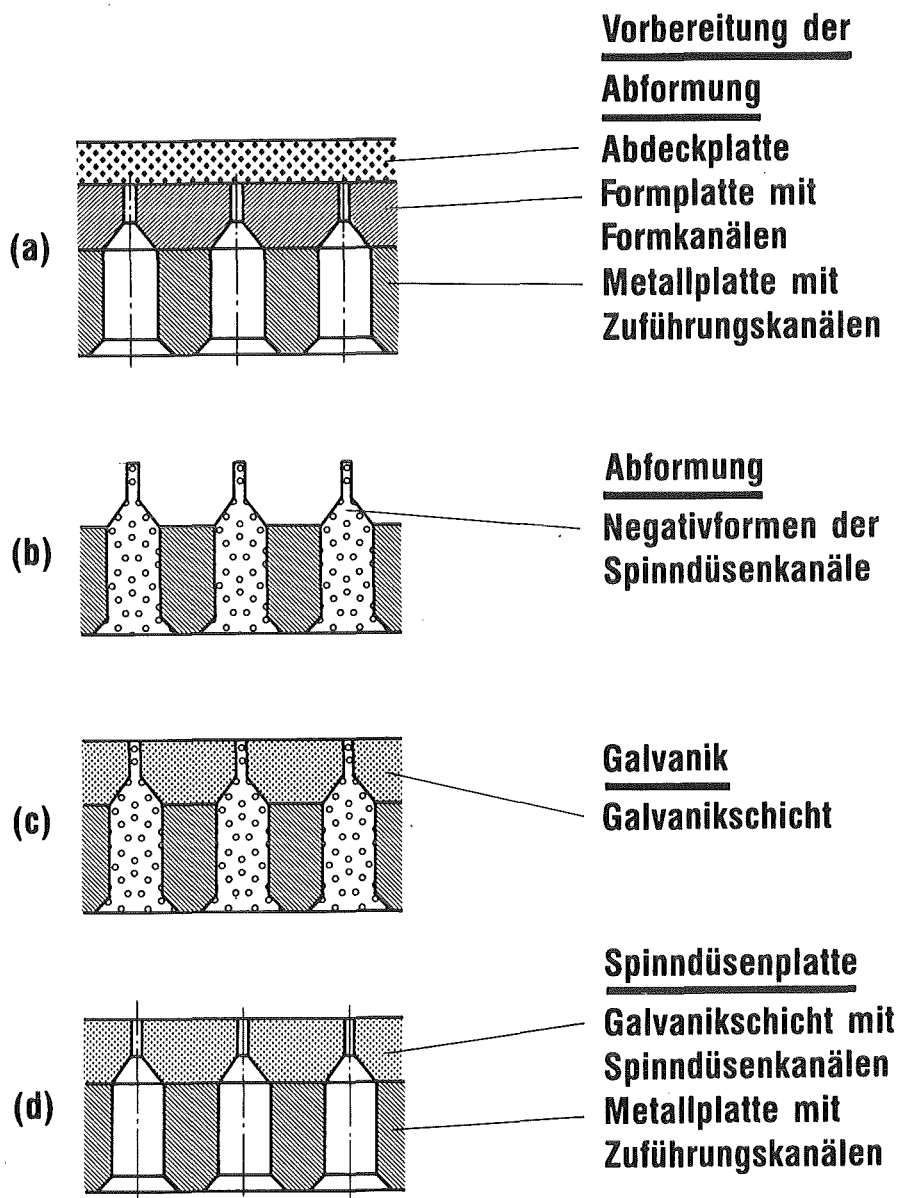


Abb.5: Herstellung von Spinndüsenplatten durch Abformung mit Kunststoff und Galvanoformung.
Eine Formplatte mit den Spinndüsenkanälen entsprechenden Formkanälen wird mit einer Zuführungskanäle enthaltenden Metallplatte so zusammengefügt, daß die Formkanäle und die Zuführungskanäle aneinander anschließen (a). Durch die Abformung (b) entstehen Negativformen der Spinndüsenkanäle, die mit der Metallplatte über das in den Zuführungskanälen enthaltene Abformmaterial verbunden sind. Sie werden von einer Galvanikschicht bündig eingeschlossen (c). Nach Einebnen der Galvanikschicht und Entfernen des Abformmaterials liegt eine Spinndüsenplatte (d) vor, die aus einer mit Zuführungskanälen versehenen massiven Metallplatte und einer damit verbundenen die Düsenkapillaren und die kritischen Bereiche der Vorkanäle ("Spinndüsenkanäle") enthaltenden, relativ dünnen Galvanikschicht besteht.

Literatur

- /1/ E.W. Becker, H. Betz, W. Ehrfeld, W. Glashauser, A. Heuberger, H.J. Michel, D. Münchmeyer, S. Pongratz, R. von Siemens. Production of Separation Nozzle Systems for Uranium Enrichment by a Combination of X-Ray Lithography and Galvanoplastics. Naturwissenschaften 69, S. 520-523 (1982).
- /2/ Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 1984. Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., S. 71 (1985).
- /3/ Ein geeigneter Entwickler wurde von V. Ghica und W. Glashauser beschrieben. "Verfahren für die spannungsfreie Entwicklung von bestrahlten Polymethylmethacrylat-Schichten", Offenlegungsschrift DE 3039110.
- /4/ E.W. Becker, W. Ehrfeld, D. Münchmeyer. Untersuchungen zur Abbildungsgenauigkeit der Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung bei der Herstellung technischer Trenndüsenelemente. KfK-Bericht 3732, Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., April 1984. D. Münchmeyer, Dissertation, Karlsruhe 1984.
- /5/ E.W. Becker, F.S. Becker, W. Ehrfeld. Konzepte für die Herstellung von Vielkanal-Bildverstärkerplatten durch Röntgentiefenlithographie und Mikrogalvanoplastik. KfK-Bericht 3750, Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., Juni 1984.
- /6/ vgl. z.B. Beta v.Falkai. Fasern, Herstellungsverfahren, in Ullmann Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 11, S.249-290. Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr. (1976).
- /7/ M. Schwab. Düsen für das Spinnen von Chemiefasern; Formen, Materialien und Herstellungsverfahren. Chemiefasern/ Textil-Industrie, Sept. 1977, S. 767-775.
- /8/ B. v.Falkai, l.c., S. 269